

MANUFACTURE OF SILICON STEEL SHEET HAVING SUPERIOR SOFT MAGNETIC CHARACTERISTIC

Patent number: JP62103321

Publication date: 1987-05-13

Inventor: NAKAOKA KAZUHIDE; TAKADA YOSHIICHI; INAGAKI JUNICHI; HIURA AKIRA

Applicant: NIPPON KOKAN KK

Classification:

- **international:** C21D8/12

- **european:** C21D8/12D2

Application number: JP19860137978 19860613

Priority number(s): JP19850128323 19850614

Also published as:

- EP0229846 (A1)
- WO8607390 (A1)
- US4773948 (A1)
- JP63219524 (A)
- EP0229846 (A4)

[more >>](#)

[Report a data error here](#)

Abstract of JP62103321

PURPOSE: To manufacture a silicon steel sheet having superior soft magnetic characteristics by specifying the composition of an Fe alloy and selecting conditions during finish hot rolling in accordance with the structure before the finish hot rolling. **CONSTITUTION:** An Fe alloy contg., by weight, 4-7% Si, <0.5% Mn, <0.1% P, <0.02% Si and <2% Al is manufactured by melting. The alloy is cast by ingot making or continuous casting and rough rolled at $\geq 1,000$ deg.C and $\geq 50\%$ total draft. Cogging and rough rolling may be carried to in place of the rough rolling. The resulting plate is subjected to finish hot rolling at a total draft R represented by formula I or II in accordance with the average grain size (d) of the plate before the finish hot rolling, and then coiling at ≤ 750 deg.C, descaling, cold rolling, warm rolling and annealing are carried out. In case of $d > \lambda_0$ [$\lambda_0 = 1.9 - 0.26 \times \text{Si(wt\%)}$], the total draft R (%) is represented by the formula I. In case of $d \leq \lambda_0$, the total draft R (%) is represented by the formula II.

$$R(\%) \geq (1 - \lambda_0 / d) \times 100 \quad I$$

$$R(\%) \geq 0 \quad II$$

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-103321
 (43)Date of publication of application : 13.05.1987

(51)Int.CI.

C21D 8/12

(21)Application number : 61-137978

(71)Applicant : NIPPON KOKAN KK < NKK >

(22)Date of filing : 13.06.1986

(72)Inventor : NAKAOKA KAZUHIDE
 TAKADA YOSHIICHI
 INAGAKI JUNICHI
 HIURA AKIRA

(30)Priority

Priority number : 60128323 Priority date : 14.06.1985 Priority country : JP

(54) MANUFACTURE OF SILICON STEEL SHEET HAVING SUPERIOR SOFT MAGNETIC CHARACTERISTIC

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture a silicon steel sheet having superior soft magnetic characteristics by specifying the composition of an Fe alloy and selecting conditions during finish hot rolling in accordance with the structure before the finish hot rolling.

CONSTITUTION: An Fe alloy contg., by weight, 4W7% Si, <0.5% Mn, <0.1% P, <0.02% Si and <2% Al is manufactured by melting. The alloy is cast by ingot making or continuous casting and rough rolled at $\geq 1,000^{\circ}$ C and $\geq 50\%$ total draft. Cogging and rough rolling may be carried to in place of the rough rolling. The resulting plate is subjected to finish hot rolling at a total draft R represented by formula I or II in accordance with the average grain size (d) of the plate before the finish hot rolling, and then coiling at $\leq 750^{\circ}$ C, descaling, cold rolling, warm rolling and annealing are carried out. In case of $d > \lambda_0$ [$\lambda_0 = 1.9 - 0.26 \times \text{Si(wt\%)}]$, the total draft R (%) is represented by the formula I. In case of $d \leq \lambda_0$, the total draft R (%) is represented by the formula II.

$$R(\%) = (1 - \lambda_0/d) \times 100$$

$$R(\%) \geq 0$$

D.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭62-103321

⑤Int.Cl.⁴

C 21 D 8/12

識別記号

府内整理番号

A-8417-4K

⑬公開 昭和62年(1987)5月13日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全11頁)

④発明の名称 軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法

⑪特願 昭61-137978

⑪出願 昭61(1986)6月13日

優先権主張 ⑪昭60(1985)6月14日 ⑬日本(JP) ⑪特願 昭60-128323

⑪発明者 中岡 一秀 横浜市緑区東本郷町534-2

⑪発明者 高田 芳一 川崎市多摩区生田1-19-7

⑪発明者 稲垣 淳一 横浜市鶴見区下末吉2丁目15

⑪発明者 日裏 昭 横浜市旭区南希望が丘133

⑪出願人 日本钢管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

⑪代理人 弁理士 吉原 省三 外3名

明細書

1. 発明の名称 軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Si: 1 ~ 7 wt%, Mn: 0.5 wt% 以下、
P: 0.1 wt% 以下、S: 0.02 wt% 以下、
Al: 2 wt% 以下を含有する鉄合金を溶製し、
造塊または連続鋳造により鋳造後、
1000°C 以上で累積圧下率 50% 以上
の分塊及び粗圧延、または粗圧延を行い、
更に仕上熱間圧延前の平均結晶粒径 d に
応じて 1100°C 以下で下式に示す累積
圧下率 R の仕上熱間圧延を行い、750°C
以下で巻取り、脱スケール処理後冷間
圧延または温間圧延を施し、次いで焼鈍
することを特徴とする軟磁気特性の優れた
珪素鉄板の製造方法。

d (mm) を仕上熱間圧延前の平均結晶粒
径とし、 λ_0 が次式で与えられる時、

$$\lambda_0 = 1.90 - 0.26 \times \text{Si (wt%)}$$

$$d > \lambda_0 \text{ ならば } R(\%) \geq (1 - \lambda_0/d) \times 100$$

$d \leq \lambda_0$ ならば $R(\%) \geq 0$

(2) 仕上熱延後、脱スケール処理の前または後に、750°C 以下の熱延板焼鈍を行
うことを特徴とする特許請求の範囲(1)記
載の軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造
方法。

(3) 冷間圧延または温間圧延の途中で 750°C
以下の中間焼鈍を行うことを特徴とす
る特許請求の範囲(1)または(2)記載の軟磁
気特性の優れた珪素鉄板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は軟磁気特性の優れた珪素鉄板
の製造方法に関する。

〔従来の技術及びその問題点〕

珪素鉄合金は優れた軟磁気特性を有して
おり、従来から電力用の磁心や回転機用の
材料として多量に使用されている。この軟
磁気特性は珪素の含有量が多いほど向上し、
6.5 wt% 付近でピークを示すことが知られ

ている。しかしながら珪素含有量が増すと、急激に延びが低下するため通常の冷間圧延ができず、4 wt% 以上の珪素を含む薄板を工業的に製造することは不可能であつた。また、珪素を 1~4 wt% 含有する鉄合金においても冷間圧延時にコイル破断やエツジクラックが発生し歩留りが低いという問題があつた。

本発明はこのような事情に鑑みなされたもので、圧延方式により珪素鉄板を能率的に製造することができる方法を提供するものである。

〔問題を解決するための手段〕

本発明においては、まず、Si: 1~7 wt%, Mn: 0.5 wt% 以下、P: 0.1 wt% 以下、S: 0.02 wt% 以下、Al: 2 wt% 以下を含有する鉄合金を溶製する。この合金を造塊または連続鍛造により鍛造後、分塊及び粗圧延または粗圧延を 1000°C 以上、累積圧下率 50% 以上で行い、更に仕上熱間圧延を下記するような所定の条件で行つた後 750°C 以下で巻

d (mm) を仕上熱間圧延前の平均結晶粒径とし、 λ_0 が次式で与えられる時、

$$\lambda_0 = 1.90 - 0.26 \times Si (\text{wt\%})$$

$$d > \lambda_0 \text{ ならば } R (\%) \geq (1 - \lambda_0 / d) \times 100$$

$$d \leq \lambda_0 \text{ ならば } R (\%) \geq 0$$

ここで、 $R (\%) = 0$ の場合は、当然に仕上熱間圧延を行わなくなるが、本発明法はこのような仕上熱間圧延を行わない場合も含む。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明者らは上記した高珪素鉄板の冷間圧延性改修について種々の実験・研究を行つた結果、仕上熱間圧延前の組織に応じて仕上熱間圧延条件を選定すれば冷間圧延性の優れた熱延板が得られること、更には、珪素鉄板の冷間圧延性は一つの熱延板組織パラメータにより規定されることを見い出した。

第1図に仕上熱間圧延前の平均結晶粒径 d (mm) を横軸に、仕上熱間圧延時の累積熱延圧下率 R (%) を縦軸にとつた場合の 6.5 wt% 硅

取る。次いで熱延板表面のスケールを酸洗或は研削等の手段により除去する脱スケール処理を施し、必要に応じてトリミングを施した後、^{または温間圧延} ^{を行ふ。} 次いで、このようにして得られた熱延板に磁気特性を付与するための焼純を施す。この焼純は熱延板を 800°C 以上の温度に加熱して行う。

また、冷間加工性等の向上を目的として、仕上熱延後、脱スケール処理の前または後ににおいて 750°C 以下の熱延板焼純を行うことができ、また同様の目的の下に、上記熱延板焼純とは別に或は熱延板焼純とともに、冷間圧延または温間圧延の途中で 750°C 以下の中間焼純を行うことができる。

本発明において最も特徴的なのは、仕上熱間圧延条件であり、1100°C 以下で累積圧下率 R (%) の圧延を施し、750°C 以下で巻取るものである。

この累積圧下率 R (%) は次のように定義される。

素鉄合金の冷間圧延性を示す。このグラフは 50 メートルインチツトをもとに、種々の方法で平均結晶粒径の異なるサンプルを作成し、それらを 1000°C で均熱後 6 パスで各累積圧下率だけ仕上熱間圧延して得たものである。なお、仕上げ温度は 650 ± 10°C である。図中、○印は累積圧下率 85% で冷間圧延した場合、ストリップエツジ部に割れが発生せず、冷間圧延性が良好であることを示しており、×印は冷間圧延の初期に割れが発生し、その後の冷間圧延が不可能であつたことを示している。この図から、仕上熱間圧延前の平均粒径 d (mm) が大きいと、熱延圧下率を大きくしないと冷間圧延できない（例えば平均粒径 3 mm の場合、95% 以上の累積熱延圧下率が必要）のに対し、平均粒径が小さくなると仕上熱間圧延時の熱延圧下率は小さくても冷間圧延可能（例えば平均粒径 0.32 mm の場合、累積熱延圧下率 40% でも冷間圧延可能）となること、仕上熱間圧延前の平均粒径がある値以下なら

ば仕上熱間圧延することなしに冷間圧延可能となることがわかる。

前述した仕上熱間圧延で得られる組織は圧延方向に結晶粒が延伸した繊維状、もしくは層状の組織であるのに対して、第1図で仕上熱間圧延時の累積圧下率がゼロの場合の材料の組織はポリゴナルである。この結果から冷間圧延性はこのような組織の違いによらず、板厚方向平均粒界間隔 λ (mm) という組織パラメータを導入すると統一的に説明できることが判明した。 λ は繊維状(層状)組織の場合、板厚方向の平均粒径に相当し、ポリゴナル組織の場合には平均粒径そのものである。ところで、この合金系の再結晶温度は 1000~1100 °C である。このため圧延開始温度 1100 °C 以下の仕上熱間圧延で得られる繊維状(層状)組織の λ は、この温度領域では再結晶がほとんど起こらず結晶粒が単に板厚方向に一様につぶされるだけのため、仕上熱間圧延前の平均粒径と累積熱延圧下率により計算される値

厚方向平均粒界間隔を λ_0 。以下まで細粒とするためには、その累積圧下率が極めて大きくなり熱間圧延段階で割れてしまう。そこで仕上熱間圧延前にインゴット或は連続鍛造スラブの組織を微細化することが必要となる。組織の微細化方法として、繊維状(層状)組織を形成させることでも、ある程度の微細化は達成されるが、再結晶を利用すれば、より効果的に細粒化される。本発明者等の行った検討結果によれば、1000 °C 以上で 50% 以上の熱間圧延を行えば高珪素鉄合金を割れのない状態で細粒化することができた。このように仕上熱間圧延前に分塊圧延もしくは粗圧延として前記条件の熱間圧延を行うことによりインゴットもしくは連続鍛造スラブを用いて仕上熱延に供する中間素材(粗バー材)を得ることが可能となる。

以上の知見をまとめると次のようになる。

①高珪素鉄板の冷間圧延性は冷間圧延前の板厚方向平均粒界間隔 λ (mm) に依存する。

とよく合う。第1図の曲線は λ が 0.2 mm となるために必要な累積熱延圧下率を算出しプロットしたものである。この曲線は冷間圧延可能域と不可能域の境界と非常に良い一致を示す。これより 6.5 wt% 硅素鉄合金では λ を 0.2 mm 以下にすれば結晶粒の形によらず冷間圧延可能となることがわかる。この $\lambda = 0.2$ mm を臨界値と考え λ_0 で表わすと λ_0 は硅素含有量により変化する。即ち、1~6 wt% 硅素を含有する合金について第1図と同様の試験により λ_0 を求めた結果、第2図が得られた。この結果から λ_0 を硅素含有量の関数として表わすと、

$$\lambda_0 = 1.90 - 0.26 \times \text{Si (wt%)} \quad (1)$$

となる。

以上の結果により冷間圧延可能な熱延板を製造する仕上熱間圧延条件を明らかにすることはできた。しかし通常の製造工程で得られるインゴット或は連続鍛造スラブの平均結晶粒径は粗大なものであり、仕上熱間圧延で板

②上述した板厚方向平均粒界間隔を硅素含有量によつて決められる或る臨界値 λ_0 。以下にすれば、優れた冷間圧延性が得られる。

③上述した λ_0 を実現するように仕上熱間圧延条件は規制されるが、それらは仕上熱間圧延前の平均粒径 d に応じて決定されなければならない。即ち、再結晶が起こらない 1100 °C 以下の仕上熱間圧延では λ_0 と d の値から幾何学的に決められる値 $\{(1 - \lambda_0/d) \times 100\% \}$ だけ圧下することが必要である。

④上記圧下率の仕上熱間圧延を実現するためには、粗圧延もしくは分塊圧延による細粒化が必要であり、1000 °C 以上累積圧下率 50% 以上の圧延により細粒化が達成される。

⑤粗圧延等の条件により上述した λ_0 (mm) よりも小さい板厚方向平均粒界間隔が得られるならば、その材料はそのままで(仕

上熱間圧延することなしに)優れた冷間圧延性を示す。

本発明は以上のような知見に基づくもので、以下各限定条件及びその他の条件を詳細に説明する。

鋼の組成

Si は、前述したように軟磁気特性を改善させる元素であり、その含有量が 6.5 wt% 付近で最も優れた効果が發揮される。Si は 4.0 wt% 以上で冷間圧延性が大きな問題となるが、1~4 wt% 未満でも冷間圧延時にコイル破断やエツジクラツク(耳割れ)が発生する。また Si が 7 wt% を超えると、磁歪の上昇、飽和磁束密度や最大透磁率の低下等、軟磁気特性の劣化を生じ、冷間圧延性も極めて悪くなる。以上のようなことから Si は 1~7 wt% の範囲とする。

Mn は、不純物元素としての S を固定するため添加される。但し Mn 量が増加すると加工性が劣化すること、更に MnS が

加工性を低下させるため少ない方が望ましい。しかしながら、C は Fe-Si 系平衡状態図のループ拡大元素であるため、珪素含有量によって決まる一定量を添加されると冷却途中に α - α 変態点が現われるようになり、それを利用した熱処理が可能となる。このため C は 1 wt% 以下が好ましい。

分塊圧延・粗圧延条件

鋳造された合金は、通常、造塊鋳片の場合には分塊圧延及び粗圧延が、また造鋳片の場合には粗圧延が施される。そして、再結晶による微細化を行うため、これらの粗圧延条件が決定される。珪素含有鉄合金スラブの場合 1000°C 以下では再結晶が起こらず、更にこの温度範囲で強圧下圧延を行うと割れが発生するため圧延温度を 1000°C 以上とする。更に充分な細粒化を達成するには 50% 以上の歪が必要なため、累積圧下率を 50% 以上と規定する。

多くなると軟磁気特性に対して悪い影響を与えることから Mn \leq 0.5 wt% とする。

P は、鉄損低下を目的として添加される。しかしながら、P 量が多くなると加工性が劣化するため P \leq 0.1 wt% とする。

S は、上述したように、できるだけ少ないことが望まれる。そこで本発明では S \leq 0.02 wt% と限定する。

Al は、製錬時脱酸のために添加される。更に Al には軟磁気特性を劣化させる固溶 N を固定し、更に鋼中に固溶することにより電気抵抗を上昇させることができて、また、Al を添加することにより、析出する AlN の大きさを磁壁の移動に対する抵抗がほとんど無くなるまでに粗大化することができる。しかしながら Al を多量に添加すると加工性が劣化し、更にコストが上昇するため Al \leq 2 wt% と限定する。

なお、C は製品の鉄損を増大させ、磁気時効の主原因となる有害な元素であり、ま

仕上圧延条件

既に詳説したように纖維状(層状)組織を形成させることを前提とすると、1100°C 以下で圧延を開始することが必要となる。この時、累積圧下率を R(%) とすると λ は d と R とにより幾何学的に決まってしまうため $\lambda = \lambda_0$ を満足させるよう $R = (1 - \lambda_0/d) \times 100$ (%) とする必要がある。しかし、粗圧延またはその他の手段により $d < \lambda_0$ となつた場合、冷間圧延性からみると仕上熱間圧延する必要はないが、適用上の要請その他により圧延する必要があることが多く、このような場合には $R = 0$ とする。ポリゴナルな組織を形成しても $\lambda < \lambda_0$ であるならば冷間圧延することが可能である。

また、巻取温度を 750°C 以下と規定した理由は、それ以上の温度で巻取つた場合、コイル冷却中に再結晶及び粒成長が起こるためである。

熱延板焼純条件

仕上熱間圧延後、熱延板焼純を行う目的は冷間加工性の向上と脱炭にある。前者については、焼純後 λ_{m} を満たす範囲であれば再結晶が生ずる温度まで加熱してもよいが、好ましくは回復だけが生ずる温度域で行なうことが推奨される。即ち、回復により明瞭なセル構造が形成されると、セルの径を λ とみなすことが可能なため、更に冷間加工性が改善される。珪素含有鉄合金の場合、静的再結晶温度は組成により多少変化するが、ほぼ 750°C 以上であるため、熱延板焼純温度は 750°C 以下が好ましい。表面酸化皮膜による脱炭も 600~800°C の温度域で生じる。このような理由から熱延板焼純温度を 750°C 以下と限定する。

中間焼純条件

冷間圧延（または温間圧延）の途中で行われる中間焼純も熱延板焼純と同じく圧延性を向上するために行われるものであり、

これらの材料を 900°C に加熱し、30 分後に仕上熱間圧延を開始した。目標仕上厚は第 1 図の結果を参考に粗バー材の平均粒径に応じて数水準ずつ選定した。なお、この時の仕上温度は 775~880°C、巻取温度は 655~610°C であった。次に仕上熱間圧延後の熱延板を酸洗後冷間圧延し、第 1 図と同様に冷間圧延性を判定した。粗圧延及び仕上圧延条件と平均粒径測定値を第 2 表に、また冷間圧延性の判定結果を第 3 図に示す。なお、図中○印は欠陥が発生せずに圧延できることを示し、×印は重度の欠陥が発生またはコイル破断が起こつたことを示す。更に図中の曲線は第 1 図の場合と同様に $\lambda_{\text{m}} = 0.2 \text{ mm}$ となる条件を示す。これから第 1 図で得られた傾向が実操業条件でも得られることが確認された。

その焼純温度も同様の理由で 750°C 以下に限定する。

冷延（または温間圧延）及び焼純条件

熱延板は、冷間圧延ではなく、圧延時の板温が 400°C 以下であるような温間圧延してもよく、このような温間圧延は圧延性の改善に有効である。

冷間圧延後行われる焼純は鉄板に磁気特性を付与するため行われるもので、この焼純は鉄板を 800°C 以上に加熱して行われる。焼純温度が 800°C 未満では結晶粒が微細なため優れた磁気特性が得られない。

〔実施例〕

実施例 1.

下掲表 1 表に示す化学成分の連続鋼造スラブ（厚さ 200 mm）を 1200°C 及び 1300°C で各 3 時間加熱後、直ちに粗圧延を開始した。粗圧延は 5 パスで終了し、結晶粒度を変化させるためにバススケジュールを 3 水準ずつ実施した。次に

第 1 表 (wt%)

| C | Si | Mn | SeL. Al | P | S |
|-------|------|------|---------|-------|-------|
| 0.007 | 6.57 | 0.17 | 0.73 | 0.007 | 0.003 |

第 2 表

| △ | 粗 壓 延 | | | | 仕 上 壓 延 | | | λ_0 | $(1-\lambda_0/d) \times 100$ [%] | 冷間 圧延性 |
|------|--------------|--------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------|-------------------------------|-------------|-------------------------------------|-----------|
| | 加熱温度 (°C) | 累積圧下率 (%) | 粗バー厚 (mm) | 圧延後平均粒径 (mm) | 圧延後平均粒径 (°C) | 累積圧下率 (%) | 板厚方向平均粒界 間隔 λ (mm) | | | |
| 比較例 | 1200 | 77.5 | 4.5 | 3.8 | 1033 | 84 | 0.60 | 0.19 | 95 | × |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 89 | 0.42 | — | — | × |
| 比較例 | — | 83 | 3.4 | 2.7 | 1025 | 79 | 0.53 | — | 93 | ○ |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 85 | 0.40 | — | — | × |
| — | — | — | — | — | — | 94 | 0.16 | — | — | ○ |
| — | — | — | — | — | — | 95 | 0.14 | — | — | ○ |
| 比較例 | — | 85 | 3.0 | 1.9 | 1010 | 80 | 0.42 | — | 90 | × |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 91 | 0.16 | — | — | ○ |
| 比較例 | 1300 | 82.5 | 3.5 | 1.2 | 1109 | 69 | 0.39 | — | 84 | × |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 78 | 0.27 | — | — | × |
| 比較例 | — | 86 | 2.8 | 0.8 | 1080 | 60 | 0.33 | — | 76 | × |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 72 | 0.23 | — | — | × |
| — | — | — | — | — | — | 81 | 0.16 | — | — | ○ |
| — | — | — | — | — | — | 90 | 0.09 | — | — | ○ |
| 比較例 | — | 89 | 2.2 | 0.3 | 1055 | 31 | 0.22 | — | 37 | × |
| 本発明例 | — | — | — | — | — | 43 | 0.18 | — | — | ○ |
| — | — | — | — | — | — | 60 | 0.15 | — | — | ○ |

実施例 2.

第3表に示す組成の高珪素鉄合金を真空溶解炉で溶製し、インゴットに鍛造した。これらのインゴットを1150°Cで均熱後、分塊圧延(累積圧下率64%)により180mm厚の薄板スラブとし、更に1150°Cで均熱した後、粗バー厚3.5mmを目標に粗圧延し(累積圧下率81%)、統いて目標仕上厚3mmまで仕上圧延(累積圧下率91%)した。熱延仕上温度は765±10°C、巻取温度は670±5°Cとした。次にこれらの熱延コイルを液洗した後、板厚0.5mmを目標に冷間圧延を行つた。粗圧延により得られた粗バーのクロツップサンプルの平均粒径、仕上圧延後の熱延板の平均粒界間隔及び冷間圧延性の判定結果を第4表に示す。表中の冷間圧延性に関しては、○印が欠陥を発生させず板厚0.5mmまで圧延できたことを示し、また×印は重度の欠陥の発生あるいはコイル破断が生じたことを示している。

第4表の結果は熱延板の組織が本願で規定する組織なる条件を満たしても、化学成分によつては冷間圧延できなくなることを示している。

第3表

| 供試鋼 | C | Si | Mn | T.A.L. | P | S | (wt%) |
|--------|-------|------|------|--------|-------|-------|-------|
| 1 本発明例 | 0.004 | 6.48 | 0.13 | 0.52 | 0.009 | 0.009 | |
| 2 * | 0.004 | 6.48 | 0.14 | 1.23 | 0.010 | 0.007 | |
| 3 * | 0.004 | 6.48 | 0.14 | 1.87 | 0.010 | 0.007 | |
| 4 比較例 | 0.004 | 6.49 | 0.14 | 2.20 | 0.009 | 0.008 | |
| 5 本発明例 | 0.002 | 6.51 | 0.15 | 0.49 | 0.011 | 0.007 | |
| 6 * | 0.003 | 6.50 | 0.45 | 0.48 | 0.010 | 0.005 | |
| 7 比較例 | 0.003 | 6.51 | 0.60 | 0.49 | 0.010 | 0.006 | |
| 8 本発明例 | 0.002 | 6.50 | 0.15 | 0.52 | 0.052 | 0.005 | |
| 9 * | 0.003 | 6.51 | 0.16 | 0.51 | 0.087 | 0.006 | |
| 10 比較例 | 0.003 | 6.52 | 0.14 | 0.51 | 0.127 | 0.006 | |

第4表

| 供試材 | 粗圧延後 クロップサンプル の平均厚 (mm) | 仕上圧延 累積圧下率 (%) | 仕上圧延 の平均 間隔 A (mm) | $(1-A/d) \times 100$ (%) | 冷間 圧延性 |
|--------|----------------------------------|----------------------|--------------------------------|-----------------------------|-----------|
| 1 本発明例 | 1.9 | 91 | 0.17 | 0.22 | 88 |
| 2 * | 2.0 | * | 0.18 | * | 89 |
| 3 * | 1.9 | 90 | 0.19 | * | 88 |
| 4 比較例 | 1.6 | 89 | 0.18 | 0.21 | 87 |
| 5 本発明例 | 2.1 | 92 | 0.17 | * | 90 |
| 6 * | 1.9 | 91 | 0.17 | * | 89 |
| 7 比較例 | 1.5 | 90 | 0.16 | * | 86 |
| 8 本発明例 | 1.5 | 89 | 0.16 | * | 87 |
| 9 * | 1.7 | 91 | 0.15 | * | 88 |
| 10 比較例 | 1.7 | * | 0.16 | 0.20 | * |

実施例3.

第1表に示す組成の連続鋳造スラブ(厚さ200mm)を1200°Cで3時間加熱後、直ちに粗圧延を行い、粗圧延出側温度1008°Cで30mm厚(累積圧下率85%)まで圧延した。この粗圧延後の結晶粒径は1.2mmであった。次いで表面温度が950°Cで仕上熱間圧延を開始し、90%の圧延を行つた。この時の仕上温度は850°C、巻取温度は680°Cであつた。熱間圧延終了後、熱延コイルからサンプルを切り出し板厚方向平均粒界間隔 λ を測定したところ、 $\lambda=0.12$ mmであつた。次にこの熱延コイルを酸洗した後83%の冷間圧延を行い、厚さ0.5mmの冷延コイルとした後、1000°C(水素雰囲気中)で焰焼純し、交流磁気特性を測定した。その結果を第5表に示す。

第5表 交流磁気特性測定結果

(板厚: 0.5mm)

| 鉄損 (W/kg) | | | 飽和磁束密度 (Gauss) |
|--------------|--------------|--------------|-------------------|
| W_{10}/s_0 | W_{15}/s_0 | W_{17}/s_0 | B_s |
| 0.55 | 1.49 | 1.62 | 1560 |

また、珪素含有量が4wt%以上となると磁場中冷却の効果が顕著になるため、この冷延コイルから採取したサンプルを800°C×10分焼純し、続く冷却中に2000eの磁場を加え、磁場中熱処理後の交流磁気特性を測定した。結果を第6表に示す。

第6表 交流磁気特性測定結果

(板厚: 0.5mm)

| 鉄損 (W/kg) | | | 飽和磁束密度 (Gauss) |
|--------------|--------------|--------------|-------------------|
| W_{10}/s_0 | W_{15}/s_0 | W_{17}/s_0 | B_s |
| 0.48 | 1.21 | 1.28 | 1562 |

このように本発明法により製造された高珪

特開昭62-103321(8)

素鉄板は優れた軟磁気特性を示すことが明らかになつた。

実施例 4.

第 7 表に示す化学成分の珪素鉄合金を真空溶解し、インゴットに鋳造後、1180°Cで3時間均熱し、スラブ厚200mm(累積圧下率60%)まで分塊圧延した。その後、1180°Cで再び1時間均熱し粗バー厚35mmを目標に粗圧延を行い、引き続き仕上げ厚2.4mmを目標に仕上げ圧延を行つた。これらの熱延コイルを塩酸酸洗後、冷間圧延し、実施例1と同様の冷間圧延性評価を行つた。熱延条件、粗圧延後のクロツップサンプル及び仕上熱延板から測定した平均結晶粒径、冷間圧延性評価結果を第8表に示す。

第 8 表

| 粗バー厚 (mm) | 粗圧延 平均粒径 (mm) | 仕上圧延 開始温度 (°C) | 仕上圧延 累積圧下率 (%) | 熱延板厚 方向平行部 界面距離 L ₀ (mm) | L ₀ (1 - L ₀ /L) × 100 (%) | 冷間 圧延性 (%) |
|--------------|---------------------|----------------------|----------------------|---|--|------------------|
| | | | | | | ○ |
| 1 3.5.2 | 2.6 | 1050 | 9.3 | 0.18 | 0.81 | 6.9 |
| 2 3.4.6 | 2.5 | 1047 | 9.3 | 0.18 | 0.44 | 8.2 |
| 3 3.6.0 | 2.3 | 1055 | 9.4 | 0.15 | 0.19 | 9.2 |
| 4 3.5.7 | 2.3 | 1058 | 9.3 | 0.17 | 0.13 | 9.4 |

第 7 表 (wt%)

| | C | Si | Mn | P | S | T.A.L |
|---|-------|-----|------|-------|-------|-------|
| 1 | 0.007 | 4.2 | 0.13 | 0.010 | 0.003 | 0.43 |
| 2 | 0.006 | 5.6 | 0.12 | 0.009 | 0.002 | 0.45 |
| 3 | 0.007 | 6.6 | 0.12 | 0.009 | 0.002 | 0.45 |
| 4 | 0.007 | 6.8 | 0.14 | 0.009 | 0.003 | 0.44 |

このように本願の方法によれば、珪素を4~7wt%含有する高珪素鉄合金においても安定的に冷間圧延を施すことが可能となる。

実施例 5.

第9表に示す化学成分の珪素鉄合金スラブを第10表に示す条件で熱延し、脱スケール後、75%の圧延率で冷間圧延を行つた。そして冷延後コイル全長に亘りエツジクラツク発生の有無を調べた。その結果を第10表に合せて示す。

第 9 表 (wt%)

| インゴットNo | C | Si | Mn | P | S | Sol.A.L |
|---------|-------|------|------|-------|-------|---------|
| I | 0.005 | 1.71 | 0.10 | 0.009 | 0.009 | 0.31 |
| II | 0.004 | 3.49 | 0.05 | 0.010 | 0.003 | 0.001 |

第 10 表

| No | | インゴット | 粗圧延条件 (温度、累積圧下率) | 仕上熱延前 平均粒径 (mm) | 仕上熱延条件 (温度、累積圧下率) | 仕上圧延後板 厚方向平均粒 界間隔 λ (mm) | λ_0 | $(1 - \lambda_0/d) \times 100$ (%) | 冷間圧延にお けるクラック 頻度 (個/m) |
|----|------|-------|---------------------|-----------------------|----------------------|---|-------------|---------------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 本発明例 | I | 1180°C, 60% | 5.3 | 950°C, 75% | 1.3 | 1.46 | 72 | 0 |
| 2 | " | II | 1150°C, 75% | 4.0 | 950°C, 80% | 0.8 | 0.99 | 75 | 0 |
| 3 | 比較例 | I | 1150°C, 40% | 7.5 | 1150°C, 70% | 2.0 | 1.46 | 81 | 0.8 |
| 4 | " | II | 1150°C, 40% | 6.3 | 1150°C, 80% | 1.2 | 0.99 | 84 | 1.1 |

以上のように、本願の方法によれば、Si
が 4 wt% 未満においても歩留りよく冷間
圧延することができる。

実施例 6.

実施例 3 で熱延した熱延板を第 11 表の条件で熱延板焼純し、脱スケール後 83% の
圧延率で冷間圧延し、割れの有無により冷
間圧延性を評価した。その結果を同表に合
せて示す。

第 11 表

| No | 熱延板焼純 | 冷延性 |
|----|--------------|----------------|
| 1 | 700°C × 1 hr | 割れなく良好 |
| 2 | 800°C × 1 hr | 5% 壓下で割れて冷延できず |

実施例 7.

実施例 3 の熱延板を 2 回冷延により累積圧
下率 83% で冷延した。2 回冷延の間にお
いて中間焼純を第 12 表の条件で行い、2
回目の冷延時の割れの有無を調べた結果を

第 12 表に合せて示す。

第 12 表

| No | 中間焼純 | 冷延性 |
|----|--------------|----------|
| 1 | 700°C × 1 hr | 割れなく良好 |
| 2 | 800°C × 1 hr | 多数の層状の割れ |

4 図面の簡単な説明

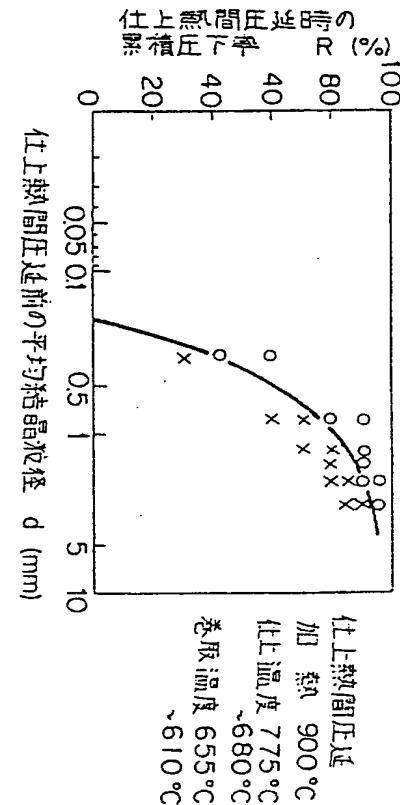
第 1 図は仕上熱間圧延前の平均結晶粒径
と仕上熱間圧延時の累積圧下率との関係に
おいて割れの発生しない範囲を示すグラフ、
第 2 図は Si 量と λ_0 の関係を示すグラフ、
第 3 図は実施例において得られた冷間圧延
可能な範囲を示すグラフである。

特許出願人 日本钢管株式会社

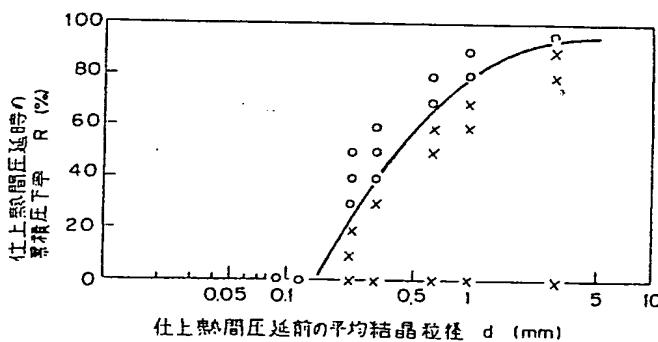
| | | | | |
|-----|---|---|---|---|
| 発明者 | 中 | 岡 | 一 | 秀 |
| 同 | 高 | 田 | 芳 | 一 |
| 同 | 植 | 垣 | 淳 | 一 |
| 同 | 日 | 森 | | 昭 |

第 3 図

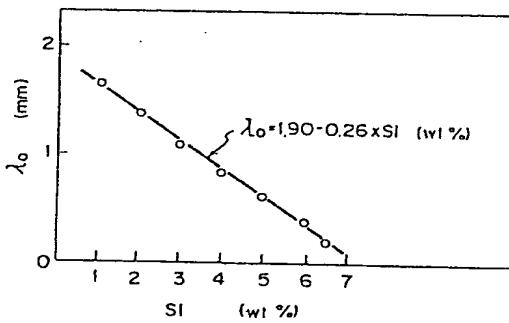
特開昭 62-103321 (10)



第 1 図



第 2 図



手 続 補 正 書(回発)

昭和 61 年 9 月 16 日

特許出願官 黒田明雄 殿

(特許出願官在官 殿)

1. 事件の表示

昭和 61 年 特許 第 137978 号

2. 発明の名称

軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法

3. 補正をする者

特許
出願人

(412) 日本钢管株式会社

4. 代理人

東京都中央区銀座 3 丁目 5 番 12 号
セニカナ本館 実業 (562) 4031 (内丸)

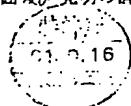
(6824) 吉原省三



5. 補正命令の日付 昭和 61 年 1 月 1 日

6. 補正の対象

明細書中特許請求の範囲及び発明の詳細な説明の欄



7. 補正の内容 別紙のとおり

補 正 内 容

1. 本願の「特許請求の範囲」を以下のように訂正する。

『(1) Si : 4 ~ 7 wt %, Mn : 0.5 wt % 以下, P : 0.1 wt % 以下, S : 0.02 wt % 以下, Al : 2 wt % 以下 を含有する鉄合金を溶製し、造塊または連続鋳造により鋳造後、1000°C 以上で累積圧下率 50 % 以上の分塊及び粗圧延、または粗圧延を行い、更に仕上熱間圧延前の平均結晶粒径 d に応じて 1100°C 以下で下式に示す累積圧下率 R の仕上熱間圧延を行い、750°C 以下で巻取り、脱スケール処理後冷間圧延または温間圧延を施し、次いで焼鈍することを特徴とする軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法。』

d (mm) を仕上熱間圧延前の平均結晶粒径とし、λ₀ が次式で与えられる時、

$$\lambda₀ = 1.90 - 0.26 \times Si \text{ (wt %)}$$

$$d > \lambda₀ \text{ ならば } R (\%) \geq (1 - \lambda₀/d) \times 100$$

$d \leq 1.0$ ならば $R(\%) \geq 0$

(2) 仕上熱延後、脱スケール処理の前または後に、750°C以下の熱延板焼鈍を行うことを特徴とする特許請求の範囲(1)記載の軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法。

(3) 冷間圧延または温間圧延の途中で750°C以下の中间焼鈍を行うことを特徴とする特許請求の範囲(1)または(2)記載の軟磁気特性の優れた珪素鉄板の製造方法。』
 2. 本願明細書中第3頁4行目末尾～7行目について「また、珪素を1～4 wt %含有する鉄合金においても冷間圧延時にコイル破断やエッジクラックが発生し歩留りが低いという問題があつた。」とあるを削除する。

3. 同書第3頁13行目末尾に「Si: 1～7 wt %」とあるを「Si: 4～7 wt %」と訂正する。

4. 同書第11頁11行目～13行目迄を以下のように訂正する。

『となる。またSiが7 wt %を超える』
 5. 同書第11頁17行目中「Siは1～7 wt %」とあるを「Siは4～7 wt %」と訂正する。

6. 同書第28頁4行目の「実施例5.」から第29頁「第10表」までを削除する。

7. 同書第30頁1行目～3行目までを削除する。

8. 同書第30頁4行目に「実施例6.」とあるを「実施例5.」と訂正する。

9. 同書第30頁10行目に「第11表」とあるを「第9表」と訂正する。

10. 同書第30頁下から5行目に「実施例7.」とあるを「実施例6.」と訂正する。

11. 同書第30頁下から2行目中「第12表」とあるを「第10表」と訂正する。

12. 同書第31頁1行目冒頭に「第12表」とあるを「第10表」と訂正する。

13. 同書第31頁2行目に「第12表」とあるを「第10表」と訂正する。